

MODULARIO  
L.C.A. - 101



PCT/EP 03 / 07275

Mod. C.E. - 1-4-7

# Ministero delle Attività Produttive

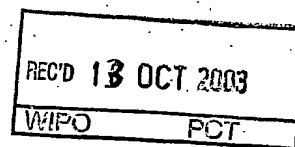
Direzione Generale per lo Sviluppo Produttivo e la Competitività

Ufficio Italiano Brevetti e Marchi

Ufficio G2

Autenticazione di copia di documenti relativi alla domanda di brevetto per: *Invenzione Industriale*

N. NO2002 A 000009



*Si dichiara che l'unita copia è conforme ai documenti originali  
depositati con la domanda di brevetto sopraspecificata, i cui dati  
risultano dall'accluso processo verbale di deposito.*

**PRIORITY  
DOCUMENT**  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

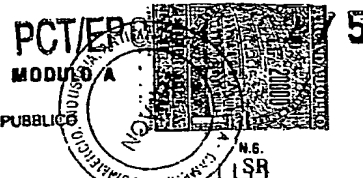
Roma, li 56 MAG. 2003

IL FUNZIONARIO

Giampietro Carlotto

BEST AVAILABLE COPY

AL MINISTERO DELL'INDUSTRIA DEL COMMERCIO E DELL'ARTIGIANATO  
UFFICIO ITALIANO BREVETTI E MARCHI - ROMA  
DOMANDA DI BREVETTO PER INVENZIONE INDUSTRIALE. DEPOSITO RISERVE, ANTICIPATA ACCESSIBILITÀ AL PUBBLICO



A. RICHIEDENTE (1) NOVARA TECHNOLOGY S.r.l.

1) Denominazione MILANO codice 10729410338

2) Denominazione  codice

B. RAPPRESENTANTE DEL RICHIEDENTE PRESSO L'U.I.B.M.

cognome nome  cod. fiscale

denominazione studio di appartenenza

C. DOMICILIO ELETTIVO destinatario NOVARA TECHNOLOGY S.r.l.

via G. Fauser n. 14 città NOVARA cap 28100 (prov) NO

D. TITOLO Processo sol-gel per la preparazione di film vetrosi con elevate proprietà di adesione e soluzioni colloidali stabili adatte alla loro realizzazione

classe proposta (saz/d/sci)  gruppo/sottogruppo

ANTICIPATA ACCESSIBILITÀ AL PUBBLICO: SI ☐ NO ☒ SE ISTANZA: DATA  N° PROTOCOLLO

E. INVENTORI DESIGNATI COSTA FULVIO COSTA LORENZO

F. PRIORITÀ

nazione e organizzazione  tipo di priorità  numero di domanda  data di deposito  allegato S/R

G. CENTRO ABILITATO DI RACCOLTA CULTURE DI MICROORGANISMI. denominazione

H. ANNOTAZIONI SPECIALI NESSUNA

DOCUMENTAZIONE ALLEGATA

Doc. 1) ☒ PROV a. pag 120 riassunto con disegno principale, descrizione e rivendicazioni (obbligatorio 1 esemplare)

Doc. 2) ☐ PROV a. tav.  disegno (obbligatorio se citato in descrizione, 1 esemplare)

Doc. 3) ☐ RS lettera d'incarico, procura o riferimento procura generale

Doc. 4) ☐ RS designazione inventore

Doc. 5) ☐ RS documenti di priorità con traduzione in italiano

Doc. 6) ☐ RS autorizzazione e atto di cessione

Doc. 7) ☐  nomenclatura completa del richiedente

8) attestati di versamento, totale lire Centoottantotto/51 Euro obbligatorio

COMPILATO IL 09/07/2002 FIRMA DELL'U. RICHIEDENTE (1) Bruno Colutto (amm.re delegato)

CONTINUA S/N/O NO

DEL PRESENTE ATTO SI RICHIEDE COPIA AUTENTICA S/N/O LS

CAMERA DI COMMERCIO L.A.A. DI NOVARA codice 0.3

VERBALE DI DEPOSITO NUMERO DI DOMANDA NO 2002 A 000009 Rep.A

L'anno diecimila duecento QUENTILADUE il giorno ODDICI, del mese di LUGLIO

il/i richiedente/i sopraindicato/i ha(hanno) presentato a me sottoscritto la presente domanda, corredata di n. 100 fogli aggiuntivi per la concessione del brevetto sopra riportato.

I. ANNOTAZIONI VARIE DELL'UFFICIALE ROGANTE Il versamento delle concessioni governative è stato effettuato sul c/c 82618000 anziché 00668004 effettuato per l'importo esatto a favore dell'Ufficio delle entrate di Roma 2 - Roma

Bruno Colutto



Ufficiale Rogante  
Rita Imazio

PCT/EP03/07275

PROSPETTO A

RIASSUNTO INVENZIONE CON DISEGNO PRINCIPALE

NUMERO COMANDA NQ 2002 A 000009 REG. A

DATA DI DEPOSITO 12/07/2002

NUMERO BREVETTO \_\_\_\_\_

DATA DI RILASCIO \_\_\_\_\_

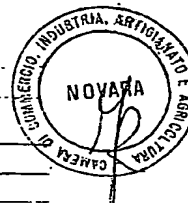
A. RICHIEDENTE (1)

Denominazione NOVARA TECHNOLOGY srl

Residenza MILANO

B. TITOLO

"PROCESSO SOL-GEL PER LA PREPARAZIONE DI FILM VETROSI CON ELEVATE PROPRIETA' DI  
ADESIONE E SOLUZIONI COLLOIDALI STABILIZZATE ALLA LORO REALIZZAZIONE"



Classe proposta (sez./cl./scd) \_\_\_\_\_

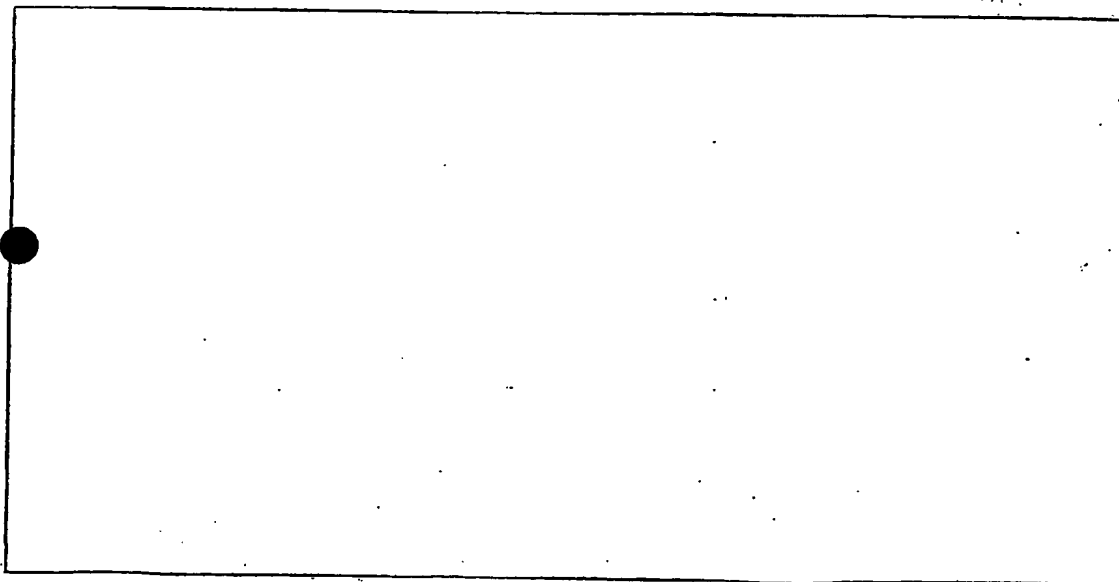
(gruppo/sottogruppo) \_\_\_\_\_

L. RIASSUNTO

Processo per la preparazione e la deposizione su substrati di film vetrosi comprendenti la dissoluzione di uno o più alcoli metallici in un solvente aprotico, l'idrolisi della soluzione così ottenuta, l'eventuale rimozione dell'alcol formatosi, la deposizione del sol ottenuto sulla superficie del substrato di interesse e l'essiccazione finale del film.



M. DISEGNO



NO 2002 A 000009

12 LUG. 2002

2



DESCRIZIONE dell'invenzione industriale dal titolo:

PROCESSO SOL-GEL PER LA PREPARAZIONE DI FILM VETROSI CON  
ELEVATE PROPRIETÀ DI ADESIONE E SOLUZIONI COLLOIDALI STABILI  
ADATTE ALLA LORO REALIZZAZIONE a nome della ditta italiana Novara  
Technology S.r.l., con sede in Milano, viale E. Jenner, 51.

\*\*\*\*\*

La presente invenzione si riferisce ad un processo sol-gel per la preparazione di films vetrosi caratterizzati da elevate proprietà di adesione sul substrato di interesse, ai films vetrosi così ottenuti, nonché alle soluzioni colloidali che si ottengono nella prima fase di tale processo di preparazione che possono essere separate e mantenute come tali, per lungo tempo, prima di essere ulteriormente trattate allo scopo di realizzare la deposizione del film.

Più particolarmente, la presente invenzione ha per oggetto un processo per la preparazione e la deposizione sulla superficie di appositi substrati di films vetrosi che prevede la dissoluzione di uno o più alcossidi metallici in un solvente aprotico, la successiva aggiunta alla soluzione così ottenuta di quantità controllate di una soluzione acquosa di un catalizzatore, il monitoraggio continuo della reazione di idrolisi, l'eventuale eliminazione della quantità di alcool formatosi nel corso della reazione di idrolisi, la gelazione del sol sulla superficie stessa, l'essiccamento finale del film; di rilievo è la possibilità, nell'iter di tale processo, di interrompere questo stesso in

NO 2002 A 000009

12 LUG. 2002

3



qualsiasi istante dopo la reazione di idrolisi e prima della deposizione, per ottenere, e isolare, una soluzione limpida esente da particelle solide dovute a tracce di gel insolubile: questa soluzione colloidale gode di un elevato grado di stabilità e può essere conservata per lungo tempo, a temperatura ambiente.

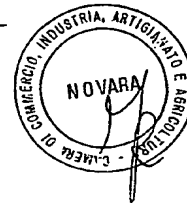
I films vetrosi sono impiegati nel settore delle telecomunicazioni su portanti ottici ed elettronici; così, ad esempio, in virtù dell'elevata resistenza al calore, all'abrasione, alla corrosione, films di silice vengono usati nei processi dell'industria elettronica, come planarizzanti di superfici di un semiconduttore su cui la precedente lavorazione abbia creato elementi di circuiti a diverso livello. Questi stessi films vengono anche utilizzati per la costituzione di strati isolanti fra elementi circuitali preparati in precedenza o fra conduttori tra i vari elementi circuitali. Inoltre [A. S. Holmes et al., "Applied Optics", 1/9/1993, vol.32, n.25, pagg.4916-4921], films di silice trovano impiego quali rivestimenti antiriflesso e strati per guide d'onda, ovvero come matrici ospiti per altri materiali quali coloranti o sensori di particolare natura.

Numerosi metodi sono stati seguiti per la preparazione dei dispositivi di interesse [A. S. Holmes et al., op. cit.], tra i quali, a titolo esemplificativo, possono essere citate l'ossidazione termica del silicio, oppure le tecniche di deposizione sotto pressione ridotta, conosciute, secondo la tecnologia anglosassone comunemente impiegata, come "sputtering", "chemical vapor deposition", ecc.

NO 2002 A 000009

12 LUG. 2002

4



Le tecnologie cui i suddetti metodi si riferiscono sono tuttavia assai complesse, necessitano per essere realizzate di camere e attrezzature di lavoro costose, e sono talvolta lente e caratterizzate da produttività limitata, il che le rende scarsamente vantaggiose da un punto di vista industriale.

È ormai consolidata [A. S. Holmes et al., op. cit.; Rui M. Almeida, "International Journal of Optoelectronics", 1994, vol.9, n.2, pagg.135-142] l'opinione che la tecnologia economicamente più promettente per la produzione su larga scala di films vetrosi su substrati sia la tecnologia "sol-gel". Tale tecnologia prevede tre passaggi fondamentali:

- a) formazione di un sol (sospensione di particelle in un liquido), in ambiente alcoolico;
- b) trasformazione (per idrolisi/condensazione) del sol in un gel (uno scheletro solido che racchiude una fase liquida continua);
- c) essiccamento del gel.

Nella procedura per la deposizione di un film vetroso su un substrato, il sol viene applicato sulla superficie da rivestire, e il gel si forma conseguentemente a seguito dell'evaporazione del solvente; la fase di essiccamento viene poi realizzata per semplice riscaldamento.

NO 2002 A 000009

12 LUG. 2002

5



Tuttavia, anche nel caso di impiego della tecnologia "sol-gel" per la produzione di films vetrosi, sono state riscontrate alcune limitazioni, specie nello spessore dei films stessi, ovvero la tendenza di tali films a crinarsi, talvolta, nella fase di essiccamento.

Soluzioni al problema sono state naturalmente cercate, e alcune realizzazioni tecniche che costituiscono oggetto della letteratura brevettuale e scientifica contengono indubbiamente le premesse per future applicazioni industriali:

- la domanda di brevetto italiano n. NO 98 A 00004 descrive un processo sol-gel per la preparazione di films spessi di ossido di silicio che prevede, nella procedura ben nota, l'aggiunta al prodotto di idrolisi dell'alcoossido di silicio di una certa quantità di  $\text{SiO}_2$  ottenuto per idrolisi alla fiamma;
- l'articolo di A. S. Holmes et al. più volte citato descrive un processo secondo cui il dispositivo finale viene temprato;
- il brevetto statunitense n. 6.130.152 descrive un processo sol-gel nel quale, alla soluzione di idrolisi (tetraetilortosilicato, etanolo, acqua e acido) viene aggiunta una miscela di due solventi a diverso punto di ebollizione;
- il brevetto statunitense n. 6.017.389 descrive la preparazione di films silicei a partire da una miscela di tetra-etilortosilicato e silice in etanolo assoluto, che viene idrolizzata con ammoniaca acquosa, che prevede un trattamento termico molto spinto nella fase di densificazione.

*h*

NO 2002 A 000009

12 LUG. 2002

6

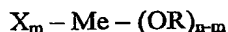


Le soluzioni descritte, di cui i precedenti riferimenti sono solo alcuni esempi, rendono attraente il ricorso alla tecnologia sol-gel per la preparazione di films vetrosi, ma risultano non del tutto vantaggiose per un'applicazione industriale affatto generale, sia per i requisiti termici di processo, sia per i limiti nello spessore dei films, sia per alcuni accorgimenti tecnici che potrebbero incidere negativamente sull'industrialità.

La Richiedente ha ora trovato che è possibile preparare e depositare su substrati, in accordo con la tecnologia sol-gel, films vetrosi secondo una procedura che non presenta nessuno degli inconvenienti dell'arte nota, né i limiti applicativi finora riscontrati a carico della tecnologia sol-gel stessa.

Forma infatti un primo oggetto dell'invenzione un processo per la preparazione e la successiva deposizione su substrati di film vetrosi che comprende i seguenti passaggi:

- preparazione di una soluzione di uno o più alcossidi di formula



nella quale Me è un metallo appartenente ai Gruppi 3°, 4° e 5° del Sistema Periodico degli Elementi; n è la valenza di Me; X è R<sub>1</sub> o OR<sub>1</sub>, con R<sub>1</sub> uguale o diverso da R, m è zero ovvero un intero inferiore a 3; R e R<sub>1</sub> sono radicali idrocarburici con un numero di atomi di carbonio fino a 12;



NO 2002 A 000009

12 LUG. 2002

7



- idrolisi della ottenuta soluzione, in presenza di un catalizzatore, per aggiunta di acqua;
- eventuale allontanamento dell'alcool che si forma nel corso di detta reazione di idrolisi;
- deposizione del sol sul substrato di interesse;
- essiccamento finale del film, caratterizzato dal fatto che la preparazione del sol avviene in un mezzo aprotico.

La deposizione del film può essere realizzata immediatamente dopo il completamento della reazione di idrolisi, ovvero la soluzione colloidale ottenuta in questa fase, qualunque sia il grado di avanzamento della reazione di idrolisi, può essere isolata e conservata come tale per lungo tempo, per essere utilizzata successivamente: è questa una caratteristica saliente del processo secondo la presente invenzione, che ne connota il secondo oggetto che è, per l'appunto, costituito da un sol stabile comprendente sostanzialmente il prodotto di idrolisi di un alcossido rispondente alla formula prima riportata, sciolto in un solvente aprotico, dal quale sia stato eventualmente rimosso l'alcool formatosi come sottoprodotto dell'idrolisi stessa.

Sono pertanto aspetti importanti del processo secondo la presente invenzione:

- facilità di preparazione della composizione sol e stabilità di questa nel tempo, a temperatura ambiente;

NO 2002 A 000009

12 LUG. 2002

8



- facilità di formazione del film, secondo tecniche note eseguite in condizioni miti e con tempi del tutto accettabili;
- tempi di gelazione rapidi, con il film che si mantiene omogeneo e le caratteristiche meccaniche del substrato che rimangono inalterate;
- non necessità di post-trattamento.

Conseguenza di tale processo sono films, a loro volta oggetto della presente invenzione, caratterizzati da:

- elevata adesione sul substrato;
- restringimento finale senza rotture;
- buone caratteristiche meccaniche e di isolamento;
- buona capacità di planarizzare la superficie del substrato;
- buone qualità ottiche.

Con riferimento al suddetto processo per la preparazione di films vetrosi, nella formula dell'alcoossido il metallo Me può preferibilmente essere silicio e, fra tutti gli alcoossidi possibili, particolarmente adatti agli scopi della presente invenzione i seguenti:

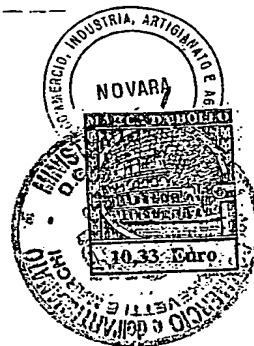
- tetrametilortosilicato
- tetraetilortosilicato
- tetrapropilortosilicato
- tetrabutilortosilicato

*bl*

NO 2002 A 000009

12 LUG. 2002

9



- etiltriotossilano
- metiltrimetossisilano
- metiltriotossilano.

L'alcolossido o la miscela di alcolossidi possono venire sciolti in un adatto solvente e fatti reagire con quantitativi controllati di acqua in presenza di un catalizzatore, preferibilmente di natura acida o basica: la reazione può venire condotta, sotto agitazione, a temperatura ambiente, per un tempo compreso fra pochi minuti e alcune ore. Il mezzo è una sostanza aprotica e può venire preferibilmente scelto tra acetone, tetraidrofurano e diossano; l'alcolossido può venire sciolto in tale solvente a concentrazioni comprese fra 30 e 60% in peso.

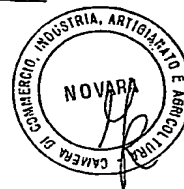
La reazione di idrolisi può venire realizzata mediante aggiunta di quantità controllate di acqua così da mantenere il rapporto molare  $H_2O/Me$  fra 0,5 e 5, preferibilmente fra 1,5 e 4, e ancor più preferibilmente fra 2 e 3. Per quanto riguarda il catalizzatore acido, questo può essere costituito da ogni acido minerale od organico con  $K_a$  compreso fra 0,1 e 3. Il catalizzatore basico può essere costituito da ammoniaca, da ammine idonee a controllare il pH del sol o anche da altre basi.

Secondo una realizzazione particolarmente vantaggiosa del processo secondo la presente invenzione, l'idrolisi può venire condotta in presenza di una soluzione acquosa molare di HCl.

NO 2002 A 000009

12 LUG. 2002

10



Il rapporto molare fra l'alcolossido e l'acido può variare fra 1/0,001 e 1/1, ma è preferibile che tale rapporto venga mantenuto fra 1/0,1 e 1/0,01. Al termine della reazione di idrolisi, la miscela di reazione si presenta come una soluzione limpida esente da particelle solide dovute a tracce di gel insolubile. È comunque possibile, secondo un aspetto affatto originale ed innovativo della presente invenzione, ottenere sol con maggiore stabilità eliminando l'alcool che si forma nel corso della reazione di idrolisi.

L'allontanamento dell'alcool può essere realizzato secondo qualunque metodo noto nello stato della tecnica. A fini semplicemente esemplificativi, la Richiedente menziona il fatto sperimentale che, nel caso di sviluppo di etanolo nella reazione di idrolisi, questo è stato eliminato sottoponendo il sol ad una desolventizzazione parziale controllata in evaporazione costante a pressione ridotta, mantenendo la soluzione colloidale ad una temperatura nell'intorno di 40°C.

Come detto, il processo secondo la presente invenzione può essere interrotto a piacere dopo la reazione di idrolisi: si ottiene in tal modo, e si può separare, una soluzione colloidale, che è oggetto e parte integrante della presente invenzione, caratterizzata da una stabilità assai elevata e tale da permetterne la conservazione per lungo tempo, senza che venga contaminata da precipitati insolubili che ne pregiudicherebbero qualsiasi successivo impiego: la conservazione può tranquillamente avvenire a temperatura ambiente.

NO 2002A 000009  
11 12 LUG. 2002



Il sol finale così ottenuto, direttamente dopo la conclusione della reazione di idrolisi ovvero dopo un certo periodo di stoccaggio, viene impiegato per la deposizione di films contraddistinti dalle caratteristiche prima ricordate. La deposizione dei films sul supporto scelto non presenta particolari difficoltà e può essere realizzata secondo le tecniche ampiamente usate nell'arte nota come gli stenditori a coltello, l'immersione e lo spin-coating. Una caratteristica importante del sol secondo la presente invenzione è quella di unire ad una elevata stabilità nel tempo, un veloce tempo di gelazione una volta depositato sul supporto. Riferendoci a titolo esemplificativo alla deposizione per spin-coating, i films vengono stesi, impiegando velocità di rotazione dell'ordine di 1500/2500 giri al minuto, in pochi secondi e non necessitano di lavaggio o di ulteriori trattamenti. I supporti ricoperti possono essere subito movimentati poiché il film deposto è già gelificato e fisso al momento in cui è tolto dallo spin-coater. È infatti, come detto, un'importante caratteristica del film secondo la presente invenzione quella di possedere ottime proprietà di adesione nei confronti della maggior parte dei supporti impiegati nell'industria quali, ad esempio, silicio semiconduttore, arseniuro di gallio, silicio policristallino, vetro, quarzo ecc.

L'essiccamento finale del film ha lo scopo di eliminare completamente il solvente residuo inglobato nel gel e di completarne la stabilizzazione e può essere condotto ponendo il supporto con il film depositato in forno a temperature comprese fra 80°C e 500°C. L'operazione si completa nell'arco di 10/20 minuti e avviene senza che nel

film secco compaiano imperfezioni dovute a impurezze o rotture causate da un eccessivo restringimento del gel nella fase di seccaggio.

Infine, è da sottolineare che, nel processo secondo la presente invenzione, non esistono particolari problemi riguardo allo spessore dei films, ed è possibile ottenere tranquillamente films con spessori da 10 nm a 2 micron. Lo spessore finale può essere riprodotto in modo controllato, con il monitoraggio della concentrazione del solido nel sol ovvero attraverso la natura dell'alcolossido, o miscela di alcolossidi, inizialmente sottoposto alla reazione di idrolisi. È stato infatti determinato dalla Richiedente che alcolossidi rispondenti alla formula surriportata con X uguale a  $R_1$  tendono a dare spessori superiori a quelli ottenibili nei quali X sia uguale a  $OR_1$ : in tal modo, calibrando la natura dell'alcolossido o della miscela di alcolossidi è possibile preparare films dello spessore desiderato.

NO 2002 A 000009

12 LUG. 2002





Vengono di seguito riportate alcune realizzazioni preferite dell'invenzione solo a scopo esemplificativo senza che esse costituiscano alcuna limitazione dell'invenzione stessa.

Esempio Nr.1.

Preparazione di un sol a partire da tetra-etilortosilicato.

Un pallone da 1 l contenente un'ancoretta magnetica per l'agitazione viene caricato con 266 g di acetone anidro e 156.8 g (0.75 Moli) di tetra-etilortosilicato. Mantenendo il pallone a temperatura ambiente, vengono addizionati, sotto agitazione e per lento gocciolamento, 32.4 g di una soluzione 1 M di HCl in acqua (rapporti molari Teos:  $H_2O$ : HCl = 1: 2.3: 0.016). L'aggiunta richiede circa 15 minuti. Durante questo tempo la temperatura del pallone sale da 20°C a 40°C. Si mantiene in agitazione per altri 15 minuti, poi la soluzione limpida viene posta in un recipiente di vetro con tappo di chiusura a vite (Soluzione A).

Con la stessa modalità viene caricato con 266g di etanolo anidro un pallone da 1 l. La stessa procedura usata per preparare il sol in acetone (Soluzione A) viene ora usata per preparare un analogo sol in etanolo (Soluzione B). Entrambe le soluzioni sono lasciate sul banco di laboratorio.

Dopo 2 giorni la soluzione (B) mostra chiaramente di essere gelificata. La soluzione (A) rimane limpida e senza precipitato per 1 mese.

NO 2002 A 000009

12 LUG. 2002



## Esempio Nr.2

In un pallone da 1 l vengono introdotti. Un pallone da 1 l contenente un'ancoretta magnetica per l'agitazione viene caricato con 266 g di diossano anidro e 156.8 g (0.75 Moli) di tetra-etilortosilicato. Seguendo le modalità operative indicate nell'esempio 1, vengono addizionati 41.6 g di una soluzione 1 M di HCl in H<sub>2</sub>O (rapporti molari Teos: H<sub>2</sub>O: HCl = 1: 2.32: 0.016). Dopo 30 minuti una porzione di 50 ml della soluzione viene prelevata e messa in un flacone di vetro con tappo a vite e denominata Soluzione (C). La restante soluzione viene posta in evaporatore rotante ed evaporata per 3 volte con addizione di diossano secondo le modalità indicate in Esempio 1. L'analisi cromatografica dei solventi evaporati mostra che è stato recuperato il 99% dell'etanolo liberato dalla reazione di idrolisi/condensazione. Un campione di 50 ml della soluzione trattata viene posto in flacone di vetro con tappo a vite e conservato (Soluzione D). La soluzione (C) mostra chiara gelificazione dopo 30 giorni, mentre la Soluzione (D) rimane limpida e senza precipitato per 365.

## Esempio 3.

In un pallone da 1 l vengono introdotti 177 g di diossano anidro, 122.6 g (0.588 Moli) di Teos e 68.4 g (0.384 Moli) di Mteos. Seguendo le modalità operative indicate nell'esempio 1, vengono addizionati 41.6 g di una soluzione 1 M di HCl in H<sub>2</sub>O (rapporti molari Teos: Mteos: H<sub>2</sub>O: HCl = 1: 0.65: 2.22: 0.0416). Dopo 30 minuti una porzione di 50 ml della soluzione viene prelevata e messa in un flacone di vetro con

NO 2002 A 000009  
12 LUG. 2002



A handwritten signature in black ink, consisting of stylized letters.



tappo a vite e denominata Soluzione (E). La restante soluzione viene posta in evaporatore rotante ed evaporata per 3 volte con addizione di diossano secondo le modalità indicate in Esempio 1. L'analisi cromatografica dei solventi evaporati mostra che è stato recuperato il 99% dell'etanolo liberato dalla reazione di idrolisi. Un campione di 50 ml della soluzione trattata viene posto in flacone di vetro con tappo a vite e conservato (Soluzione F). La soluzione (E) mostra chiara gelificazione dopo 30 giorni, mentre la Soluzione (F) rimane limpida e senza precipitato per 365.

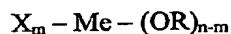
NO 2002 A 000009  
12 LUG. 2002



## Rivendicazioni

1. Processo per la preparazione e la deposizione su substrati di films vetrosi comprendente i seguenti passaggi:

- preparazione di una soluzione di uno o più alcossidi di formula



nella quale Me è un metallo appartenente ai Gruppi 3°, 4° e 5° del Sistema Periodico degli Elementi; n è la valenza di Me; X è R<sub>1</sub> o OR<sub>1</sub>, con R<sub>1</sub> uguale o diverso da R, m è zero ovvero un intero inferiore a 3; R e R<sub>1</sub> sono radicali idrocarburici con un numero di atomi di carbonio uguale o inferiore a 12;

- idrolisi della soluzione così ottenuta, in presenza di un catalizzatore;
- eventuale allontanamento dell'alcool che si forma durante la reazione di idrolisi;
- deposizione del sol sul substrato di interesse;
- essiccamento finale e stabilizzazione del film;

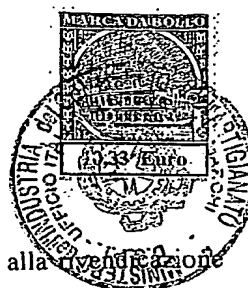
caratterizzato dal fatto che la preparazione iniziale del sol viene effettuata in presenza di un mezzo aprotico.

2. Soluzione colloidale stabile ottenuta per idrolisi, ed eventuale allontanamento dell'alcool sottoprodotto di questo, di una soluzione in un solvente

NO 2002 \* 000009

12 LUG. 2002





aprotico di uno o più alcossidi rispondenti alla formula di cui alla rivendicazione n.1.

3. Processo per la preparazione e la deposizione su substrati di films vetrosi secondo la rivendicazione n.1 nel quale l'alcossido viene preferibilmente scelto fra tetrametilortosilicato, tetraetilortosilicato, tetrapropilortosilicato, tetrabutylortosilicato, etiltri-tossisilano, metiltrimetossisilano, metiltri-tossisilano, ovvero miscela degli stessi.

4. Processo per la preparazione e la deposizione su substrati di films vetrosi secondo la rivendicazione n.1 nel quale il mezzo aprotico viene preferibilmente scelto fra acetone, tetraidrofurano e diossano.

5. Processo per la preparazione e la deposizione su substrati di films vetrosi secondo la rivendicazione n.1 nel quale la soluzione di alcossido o miscela di alcossidi nel solvente aprotico è ad una concentrazione di alcossidi compresa fra il 30% e il 60% in peso.

6. Processo per la preparazione e la deposizione su substrati di films vetrosi secondo la rivendicazione n.1 nel quale l'idrolisi della soluzione di alcossido viene effettuata mediante aggiunta di quantità controllate di acqua.

7. Processo per la preparazione e la deposizione su substrati di films vetrosi secondo la precedente rivendicazione nel quale l'acqua viene aggiunta in quantità tale da mantenere un rapporto molare  $H_2O/Me$  fra 0,5 e 5.

NO 2002 A 000009  
12 LUG. 2002



8. Processo per la preparazione e la deposizione su substrati di films vetrosi secondo la precedente rivendicazione nel quale il rapporto  $H_2O/Me$  è preferibilmente fra 1,5 e 4.

9. Processo per la preparazione e la deposizione su substrati di films vetrosi secondo la precedente rivendicazione nel quale il rapporto  $H_2O/Me$  è preferibilmente fra 2 e 3.

10. Processo per la preparazione e la deposizione su substrati di films vetrosi secondo la rivendicazione n.1 nel quale l'idrolisi della soluzione di alcossido viene effettuata in presenza di un catalizzatore acido scelto fra gli acidi minerali ed organici con  $K_a$  compreso fra 0,1 e 3.

11. Processo per la preparazione e la deposizione su substrati di films vetrosi secondo la rivendicazione precedente nel quale la reazione di idrolisi viene preferibilmente effettuata in presenza di una soluzione acquosa molare di  $HCl$ .

12. Processo per la preparazione e la deposizione su substrati di films vetrosi secondo la rivendicazione n.10 nel quale la reazione di idrolisi della soluzione di alcossido viene effettuata in presenza di una quantità di acido tale da avere un rapporto molare fra alcossido e acido compreso fra 1/0,001 e 1/1.

13. Processo per la preparazione e la deposizione su substrati di films vetrosi secondo la precedente rivendicazione nel quale il rapporto molare fra l'alcossido e l'acido è preferibilmente compreso fra 1/0,1 e 1/0,01.

NO 2002 A 000009  
12 LUG. 2002



14. Processo per la preparazione e la deposizione su substrati di films vetrosi secondo la rivendicazione n.1 nel quale la reazione di idrolisi della soluzione dell'alcolossido in solvente aprotico è seguita dall'eliminazione dell'alcool che si forma.

15. Processo per la preparazione e la deposizione su substrati di films vetrosi secondo la rivendicazione precedente nel quale l'eliminazione dell'alcool viene preferibilmente effettuata sottoponendo il sol a desolventizzazione parziale controllata.

16. Soluzione colloidale stabile secondo la rivendicazione n.2 quando ottenuta con il processo secondo una o più delle rivendicazioni da 3 a 15.

17. Processo per la preparazione e la deposizione su substrati dei films vetrosi secondo la rivendicazione n.1 nel quale la deposizione del film sul substrato di interesse viene effettuata secondo una tecnica preferibilmente scelta fra gli stenditori a coltello, l'immersione e lo spin-coating.

18. Processo per la preparazione e la deposizione su substrati di films vetrosi secondo la precedente rivendicazione nel quale la deposizione viene preferibilmente effettuata secondo la tecnica cosiddetta dello spin-coating.

19. Processo per la preparazione e la deposizione su substrati di films vetrosi secondo la rivendicazione n.1 nel quale l'essiccamento finale del film viene effettuato ad una temperatura compresa fra 20 e 500°C.

NO 2002 A 000009  
12 LUG. 2002



A handwritten signature, possibly "M", located to the right of the official stamp.

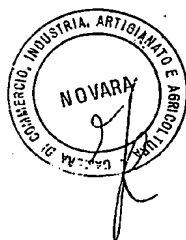
20. Films vetrosi quando ottenuti e deposti con il processo secondo la rivendicazione n.1 contraddistinti da:

- elevate proprietà di adesione al substrato;
- restringimento finale senza rotture;
- buone caratteristiche meccaniche e di isolamento;
- buone capacità planarizzanti;
- buone qualità ottiche.

NO 2002 A 00000 9

12 LUG. 2002

*Mario Calvetti*



```

mm  mm  pp  pp  eeee  rr  rrr  sssss  oooo  nnnnn
mmmmmm  pp  pp  ee  ee  rrr  rr  ss  oo  oo  nn  nn
mmmmmm  pp  pp  eeeee  rr  rr  ssss  oo  oo  nn  nn
mm m mm  ppppp  ee  rr  ss  oo  oo  nn  nn
mm  mm  pp  eeee  rrrr  sssss  oooo  nn  nn
      pppp

```

```

777777  00000  555555
77  77  00  00  55
      77  00  000  55555
      77  00  0000  55
      77  0000  00  55
      77  000  00  55  55
      77  00000  5555

```

4/29/05

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**